

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning documents *will not* correct images,  
Please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT



(12)

## Gebrauchsmuster

U1

(11) Rollennummer G 93 11 661.6

(51) Hauptklasse B01L 3/00

(22) Anmeldetag 04.08.93

(47) Eintragungstag 02.12.93

(43) Bekanntmachung  
im Patentblatt 20.01.94

(54) Bezeichnung des Gegenstandes  
Druckaufschlußbehälter zur Mikrowellen-Beheizung  
bei der Elementenspurenanalyse

(71) Name und Wohnsitz des Inhabers  
Berghof Labor- und Automationstechnik GmbH, 72800  
Eningen, DE

(74) Name und Wohnsitz des Vertreters  
Boeters, H., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Bauer, R.,  
Dipl.-Ing.; Koepe, G., Dipl.-Chem., Pat.-Anwälte,  
81541 München

---

DRUCKAUF SCHLUSSBEHÄLTER ZUR MIKROWELLEN-BEHEIZUNG BEI DER  
ELEMENTENSPUREN-ANALYSE

---

Die vorliegende Erfindung betrifft einen Druckaufschlußbehälter zur Mikrowellen-Beheizung, der bei der Elementenspuren-Analyse vielfach Verwendung findet, um dem Analytiker die Verwendung von überhitzten Substanzen wie beispielsweise Säuren oder Basen für die Probenvorbereitung zu erleichtern bzw. zu beschleunigen.

Derartige Druckaufschlußbehälter sind auf dem einschlägigen Markt bereits bekannt und werden in verschiedenen Variationen zum Einsatz in Gefäßsäzte eingehängt oder drucksicher eingebaut.

Diese Druckaufschlußbehälter können einerseits konventionell durch eine entsprechende Umgebungstemperatur aufgeheizt werden oder andererseits, wie im vorliegenden Fall, durch Mikrowellen-Beheizung. Im allgemeinen stellt der Druckaufschlußbehälter ein Druckaufschlußsystem dar, wobei die zu analysierende Probensubstanz in ein Gefäß gefüllt wird, das entweder beim Einsatz für hohe Temperaturen aus Quarzglas oder für niedrigere Temperaturen aus einem geeigneten Kunststoff wie beispielsweise Teflon gefertigt ist. Dabei wird die aufzuschließende Probe in das Gefäß, das bis zu 250 ml Fassungsvermögen aufweist, eingewogen und mit einem reinen Aufschlußreagenz versetzt. Dieser Einsatz wird in einen Druckbehälter aus hochwertigem Edelstahl eingesetzt, der durch eine Sicherheitseinrichtung gegen unzulässig hohen Druck (maximal 200 bar) geschützt ist.

Im bekannten Stand der Technik wird das Druckaufschlußgefäß mit Mikrowellenstrahlung beaufschlagt, wodurch die Substanz im Aufschlußgefäß erhitzt wird. Dadurch setzt eine Aufschlußreaktion ein und es bildet sich ein Reaktionsdruck aus. Durch den so gebildeten Innendruck im Reaktionsgefäß wird eine sogenannte Berstscheibe druckbeaufschlagt und drückt einen Verschlußstopfen des Gefäßes gegen die Niederhaltekraft einer speziellen Vorrichtung, so daß der Stopfen gegen die Innenwand des Reaktionsgefäßes gedrückt wird. Diese Lösung der Abdichtung des Reaktionsgefäßes hat allerdings den Nachteil, daß es verhältnismäßig aufwendig in der Herstellung und kompliziert im Zusammenbau ist.

Daher ist es Aufgabe der vorliegenden Erfindung, einen Druckaufschlußbehälter bereitzustellen, der mit einfachen technischen Mitteln die Dichtigkeit und Betriebssicherheit beim Aufheizen der Probensubstanz reproduzierbar gewährleistet.

Diese Aufgabe wird mit den kennzeichnenden Merkmalen des Hauptanspruchs gelöst.

Erfindungsgemäß ist der Druckaufschlußbehälter zur Mikrowellen-Beheizung für Elementenspurenanalyse mit einer an der Öffnung

des Druckaufschlußbehälters angebrachten Berstfolie und einem Verschlußdeckel dadurch gekennzeichnet, daß die Berstfolie an den Rändern abgewinkelt ist, wobei die abgewinkelten Enden in eine erste Ringnut im Verschlußdeckel eingreifen und der Verschlußdeckel mit einer Dichtlippe versehen ist, die bei geringer Vorspannung des Dichtlippendurchmessers die Abdichtung des Systems infolge des System-Innendrucks auch bei niedrigen Drücken gewährleistet, und der Verschlußdeckel auf der gleichen Seite wie die erste Ringnut eine zweite Ringnut aufweist, in die ein Berstfolienanpreßring eingreift.

Diese Lösung der gestellten Aufgabe hat den Vorteil, daß die erfindungsgemäße Dichtlippe mit zunehmendem Innendruck ebenfalls eine zunehmende Anpreßkraft an die Gefäßwand erfährt, die um so größer wird, je höher der Innendruck ist. Infolgedessen verbessert sich die Abdichtung mit zunehmendem Innendruck, was insgesamt eine wesentlich bessere Dichtigkeit des Gefäßes zur Folge hat. Die Dichtigkeit wird somit ohne eine von außen aufzuwendende zusätzliche Kraft bewirkt, wodurch die Behälter mit geringem Kraftaufwand ohne zusätzliche Werkzeuge verschlossen werden können.

Die erfindungsgemäße Berstfolie ist in vorteilhafter Ausführung aus Aluminium (Al 99,9) gefertigt, wodurch die Sicherheits-Berstscheibe verhältnismäßig temperaturunabhängig ist, zumindest in den in Frage kommenden Temperaturbereichen, so daß der Berstdruck der Berstscheibe relativ konstant ist. Berstscheiben aus Teflon oder ähnlichen Kunststoffen weisen gegenüber einer Metallfolie zwei wesentliche Nachteile auf. Der erste Nachteil besteht in einer extrem starken Temperaturabhängigkeit des Berstdrucks, da die Festigkeit der Kunststoffe mit zunehmender Temperatur sehr schnell abnimmt. Dies führt dazu, daß derartige Berstscheiben bei Raumtemperatur meist stark überdimensioniert werden, so daß ein Überdruck bei niedriger Temperatur zu spät abgebaut wird.

Ein weiterer Nachteil besteht darin, daß die Folien einem starken Alterungsprozeß infolge der ständig zunehmenden Überdehnung bei gleichzeitig hohen Arbeitstemperaturen ausgesetzt sind.

Diese Nachteile haben zum einen einen sehr hohen Verbrauch an Folien zur Folge und zum anderen nimmt der Berstdruck infolge der Fatigue des Kunststoffmaterials ständig ab, so daß auch hier meist anfänglich mit etwas überdimensionierten Folien gearbeitet werden muß.

Beide Nachteile führen zu einer schlechteren, nicht reproduzierbaren Vorgehensweise, so daß die erfindungsgemäße Verwendung von Metallberstfolien eine sichere und reproduzierbarere Verwendung gewährleistet. Somit kann in vorteilhafter Weise mit der erfindungsgemäßen Metallberstscheibe ein reproduzierbarer Maximaldruck gefahren werden, der sich aus dem Dampfdruck der Lösung nach einer vorher festzulegenden maximalen Aufheizdauer bei einer bestimmten Mikrowellenleistung ergibt. Dies stellt ein wichtiges Merkmal für die Qualität der Aufschlüsse dar.

In einer vorteilhaften Ausführungsform besteht der erfindungsgemäße Verschlußdeckel und die Dichtlippe aus ein und demselben Material, wobei die Dichtlippe unter Vorspannung die Innenwand des Reaktionsgefäßes berührt.

Dieses Material des Verschlußdeckels und der Dichtlippe sollte elastisch sein und darüber hinaus bis ca. 200°C relativ temperaturunempfindlich sein. Diese Eigenschaften finden sich beispielsweise in dem Material TFM wieder, aus dem der Verschlußdeckel gefertigt ist. Die Metallberstfolie wird auf sehr einfache Weise zwischen den TFM-Verschlußdeckel und einer Überwurfmutter verklemmt, die an ihrer inneren Deckfläche einen Berstfolienanpreßring aufweist, der in die zweite Ringnut die Berstfolie wenigstens teilweise hineindrückt.

Durch die abgewinkelten Enden der Metallberstscheibe, die in die erste erfindungsgemäße Ringnut im Verschlußdeckel eingreift, ist

somit auch in vorteilhafter Weise eine Zentrierung der Berstfolie gewährleistet. Ferner kann die Berstfolie bei Bedarf in einfacher Weise ausgetauscht werden.

Vorteilhaft wirkt sich bei einer Ausführungsform auch der Umstand aus, daß im Zentrum der Überwurfmutter eine Gewindebohrung eingearbeitet ist, die eine Verschraubung aufnimmt, die ebenfalls eine Bohrung aufweist, durch die etwaig entweichendes Gas mittels eines Schlauches abgepumpt werden kann.

Eine weitere erfindungsgemäße vorteilhafte Ausführungsform wird darin gesehen, daß die Gewindebohrung eine seitliche Beipaß-Bohrung aufweist, die bei verschlossenem Reaktionsgefäß ein Absaugen von aus dem Reaktionsgefäß entweichenden Gasen beim Öffnen des Reaktionsgefäßes ermöglicht.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen ergeben sich aus den Unteransprüchen.

Im nun folgenden wird anhand der beigefügten Zeichnungen die Erfindung im einzelnen näher erläutert. Es zeigt:

Fig. 1 den erfindungsgemäßen Druckaufschlußbehälter (1) im zusammengebauten Zustand;

Fig. 2 eine Querschnittsdarstellung des erfindungsgemäßen Verschlußdeckels (4) mit darüber befindlicher Berstscheibe (5);

Fig. 3 eine Schnittdarstellung des Druckaufschlußbehälters (1) mit seinen einzelnen Elementen und Schlauchanschlüssen (14, 20, 21);

Fig. 4 eine Außenansicht des Druckaufschlußbehälters im (1) zusammengebauten Zustand.

In Fig. 1 ist der Druckaufschlußbehälter 1 im zusammengebauten Zustand schematisch dargestellt. Der Druckaufschlußbehälter 1 besteht aus einem unteren Block 2, in den eine größere Ausnehmung (ca. 30 ml) eingearbeitet ist. In diese Ausnehmung von ca. 30 ml wird die aufzuschließende Substanz eingewogen bzw. eingefüllt. An der oberen Seite weist der untere Block 2 an der Außenseite ein Gewinde auf, in das das Gegengewinde einer Überwurfmutter 11 eingreift. Die nicht weiter bezeichnete Konturen an dem unteren Block 2 und der Überwurfmutter 11 dienen der besseren Handhabbarkeit des Druckaufschlußgefäßes. Der Verschlußdeckel 4 mit der erfindungsgemäßen Dichtlippe 10 wird in einfacher Weise nach dem Einfüllen der aufzuschließenden Substanz in das Reaktionsgefäß auf die Öffnung der Ausnehmung im unteren Block 2 gesetzt. Dabei berührt die erfindungsgemäße Dichtlippe 10 mit einer gewissen Vorspannung die Innenwand 12 der Ausnehmung, so daß bereits bei unbeheiztem Druckaufschlußgefäß eine gewisse Dichtigkeit des Behältnisses gewährleistet ist. Zur Verminderung der Reibung an der Innenseite 12 der Ausnehmung weist die Dichtlippe 10 einen Vorsprung 17 auf, der praktisch eine Dichtkante darstellt.

Der Verschlußdeckel, der aus einem elastischen und verhältnismäßig temperaturunabhängigen Material gefertigt ist, weist eine dem Reaktionsgefäß-Inneren zugewandte Ausnehmung 16 auf, die die Materialstärke des Verschlußdeckels 4 auf ein geringes Maß, verglichen zur Gesamtstärke des Verschlußdeckels 4, reduziert.

Auf der glatten Oberfläche des Verschlußdeckels 4, die der Oberfläche, an der die Dichtlippe angebracht ist, gegenüber liegt, sind konzentrisch zwei Ringnuten 7, 8 eingearbeitet. Die erste Ringnut 7 dient einerseits zur Zentrierung der Berstfolie 5 und andererseits verhindert sie ein Verrutschen der Berstfolie 5 während des Zudrehens der Überwurfmutter 11. Die abgewinkelten Enden 6 der Berstfolie greifen in diese Ringnut 7 ein. Die zweite Ringnut 8 dient der sicheren Befestigung bzw. Halterung der Berstfolie 5 in ihrer vorgegebenen zentrierten Lage. Dabei drückt ein erfindungsgemäßer Berstfolienanpreßring 9, der an der

Innenseite der Überwurfmutter 11 angebracht ist, auf die Berstfolie 5 und dringt somit zumindest teilweise in die zweite Ringnut 8 ein. Dadurch ist ein sicherer Sitz der Berstfolie 5 beim Verschrauben der Überwurfmutter 11 gewährleistet.

In der Überwurfmutter befindet sich zentrisch eine Gewindebohrung 13, in die eine PFA-Verschraubung 14 eingeschraubt wird. An diese Verschraubung 14 ist in geeigneter Weise ein Gasabsaugkanal 18 eingearbeitet, durch den aus dem Reaktionsgefäß entweichende Gase abgesaugt werden.

Um zu verhindern, daß beim Öffnen des Reaktionsgefäßes schädliche Gase ins Freie gelangen, ist die Gewindebohrung 13 über einen Beipaß-Kanal 15 mit der inneren Deckfläche der Überwurfmutter 11 verbunden. Hierdurch werden die beim Öffnen aus dem Behälter ausströmenden, ätzenden Gase über den hierfür aufgesetzten PFA-Schlauch 21 in ein nicht gezeigtes Auffanggefäß abgeleitet.

In Fig. 2 ist in einem vergrößerten Maßstab der Verschlußdeckel 4 im Querschnitt dargestellt. Der Verschlußdeckel 4 ist im Normalfall rund und ist aus einem elastischen Material, wie beispielsweise Teflon/TFM hergestellt, der bis zu Temperaturen von ca. 200°C verhältnismäßig temperaturunempfindlich ist und somit seine elastischen Eigenschaften bis zu diesen Temperaturen nicht nennenswert ändert. In dieser Darstellung sind deutlich die beiden in die Oberfläche des Verschlußdeckels 4 eingearbeiteten Ringnuten 7, 8 zu erkennen. Ferner ist deutlich der Vorsprung 17 an der erfindungsgemäßen Dichtlippe 10 sichtbar, der die Reibung an der Innenfläche 12 des Reaktionsgefäßes reduzieren soll. Die Seiten des Verschlußdeckels 4 sind unter einem gewissen Winkel abgeschrägt.

In Fig. 3 wird der Druckaufschlußbehälter 1 im auseinandergebauten Zustand gezeigt, wobei die einzeln zusammensetzbaren Elemente übereinander angeordnet sind. In die konische konzentrische Gewindebohrung 13 greift eine PFA-Verschraubung 14 ein, die

ebenfalls mit einer abgesetzten Bohrung 18 versehen ist. Diese Verschraubung weist am oberen Zapfen ein Außengewinde 19 auf, in das das Innengewinde einer Überwurfmutter 20 eingreift, die einen Absaugkanal 21 aufnimmt. Somit können etwaig entweichende Gase aus dem Reaktionsgefäß mühelos abgesaugt werden und gelangen nicht ins Freie.

Fig. 4 zeigt eine Außenansicht des zusammengebauten Druckaufschlußbehälters 1 mit den entsprechenden Elementen wie dem Grundkörper 2, der Überwurfmutter 11 und der PFA-Verschraubung 14, auf die eine Überwurfmutter 20 aufgeschraubt wird.

### Schutzansprüche

1. Druckaufschlußbehälter (1) zur Mikrowellen-Beheizung für Elementenspuren-Analyse mit einer an der Öffnung des Druckaufschlußbehälters (1) angebrachten Berstfolie (5) und einem Verschlußdeckel (4), dadurch gekennzeichnet, daß
  - die Berstfolie (5) an den Rändern abgewinkelt ist, wobei die abgewinkelten Enden (6) in eine erste Ringnut (7) im Verschlußdeckel (4) eingreifen und
  - der Verschlußdeckel (4) mit einer Dichtlippe (10) versehen ist, die bei geringer Vorspannung des Dichtlippen-durchmessers die Abdichtung des Systems infolge des System-Innendrucks auch bei niedrigen Drücken gewährleistet; und
  - der Verschlußdeckel (4) auf der gleichen Seite wie die erste Ringnut (7) eine zweite Ringnut (8) aufweist, in die ein Berstfolienanpreßring (9) eingreift.

2. Druckaufschlußbehälter nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Berstfolie (5) aus Metall, insbesondere aus Aluminium (Al 99,9) ist.
3. Druckaufschlußbehälter nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Berstfolie (5) aus Teflon (PTFE) oder aus PFA-Folie gefertigt ist.
4. Druckaufschlußbehälter nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Verschlußdeckel (4) und die Dichtlippe (8) aus ein und demselben Material besteht, und die Dichtlippe (8) unter Vorspannung die Innenwand des Reaktionsgefäßes (12) berührt.
5. Druckaufschlußbehälter nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Verschlußdeckel (4) auf seiner der ersten und zweiten Ringnut gegenüberliegenden Seite eine Ausnehmung (16) derart aufweist, daß die Wandstärke des Verschlußdeckels (4) vergleichsweise dünn gegenüber der übrigen Stärke des Verschlußdeckels (4) ist.
6. Druckaufschlußbehälter nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Dichtlippe (10) eine der Innenwand des Reaktionsgefäßes (12) zugewandte Dichtkante (17) aufweist.
7. Druckaufschlußgerät nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Material des Verschlußdeckels (4) und der Dichtlippe (10) elastisch ist und bis ca. 200°C temperaturunempfindlich ist.
8. Druckaufschlußgerät nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Druckfestigkeit der Berstscheibe (5) bei ca. 30 bar liegt.

9. Druckaufschlußgerät nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß über den Verschlußdeckel (4) und die Berstscheibe (5) eine Überwurfmutter (11) verschraubar angeordnet ist.
10. Druckaufschlußgerät nach Anspruch 1 und 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Überwurfmutter (11) an ihrer inneren Deckfläche einen Berstfolienanpreßring (9) aufweist, der in die zweite Ringnut (8) wenigstens teilweise eingreift.
11. Druckaufschlußgerät nach Anspruch 1 und 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Überwurfmutter (11) im Zentrum eine Gewindebohrung (13) aufweist, in die eine Verschraubung (14) eingreift.
12. Druckaufschlußgerät nach Anspruch 1 und 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Gewindebohrung (13) eine seitliche Beipaß-Bohrung (15) aufweist, die bei verschlossenem Reaktionsgefäß (17) ein Absaugen von aus dem Reaktionsgefäß (17) entweichenden Gasen ermöglicht.



## Mikrowellen-Druckaufschluß System DAP 30

Maßstab: 2: 1

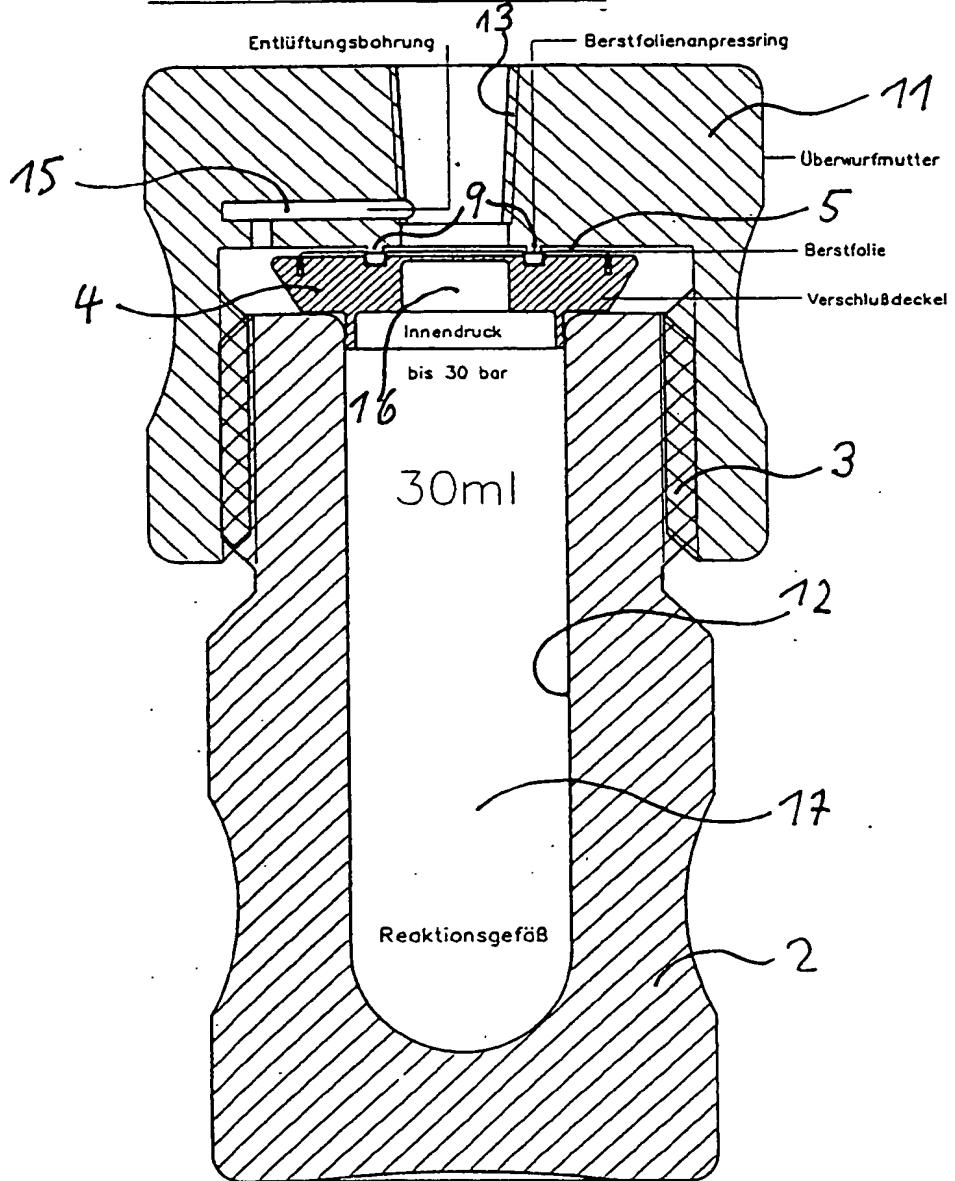


Fig. 1

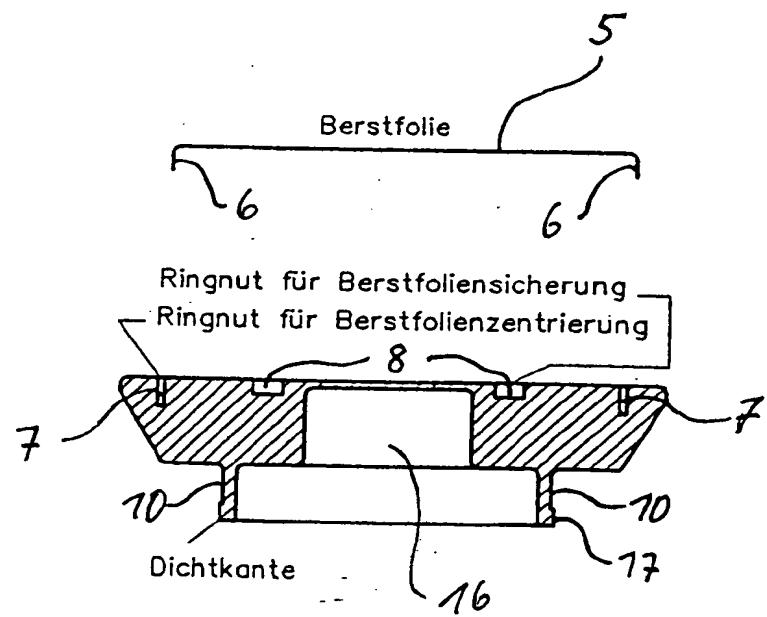


Fig. 2

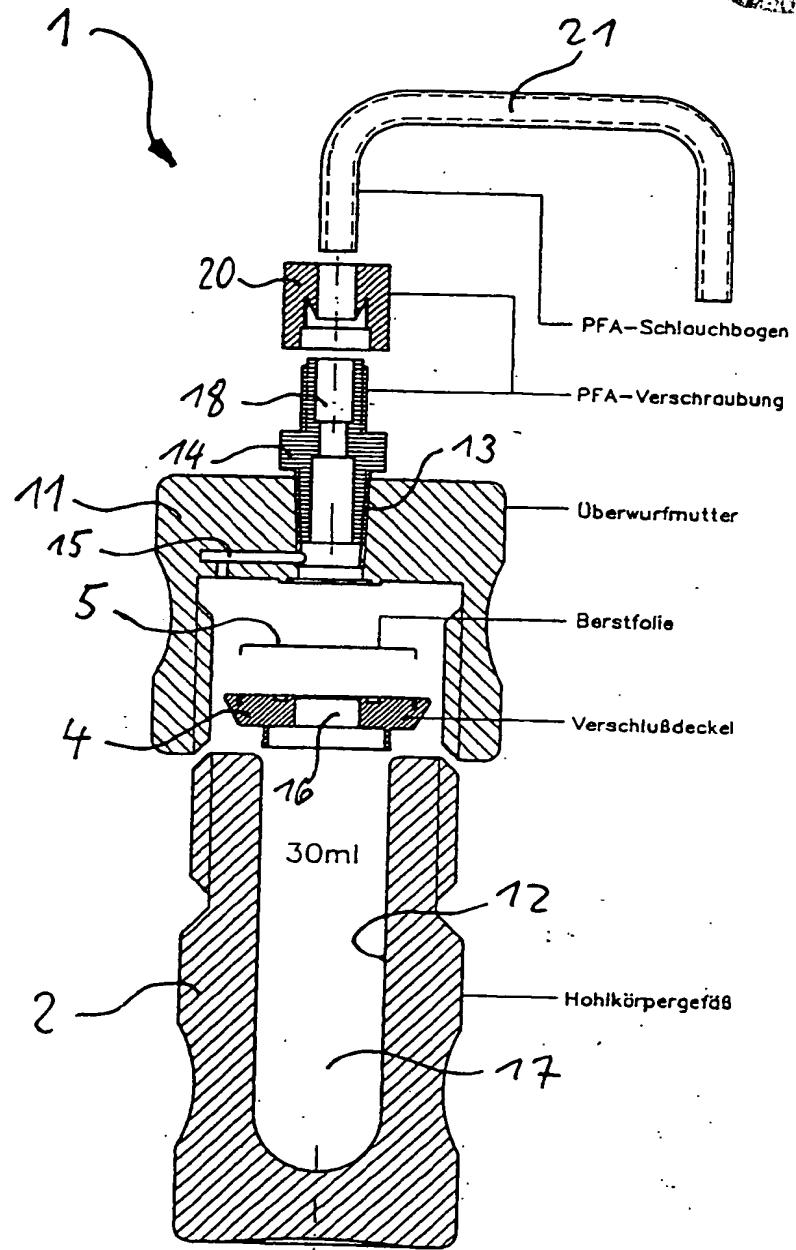


Fig. 3

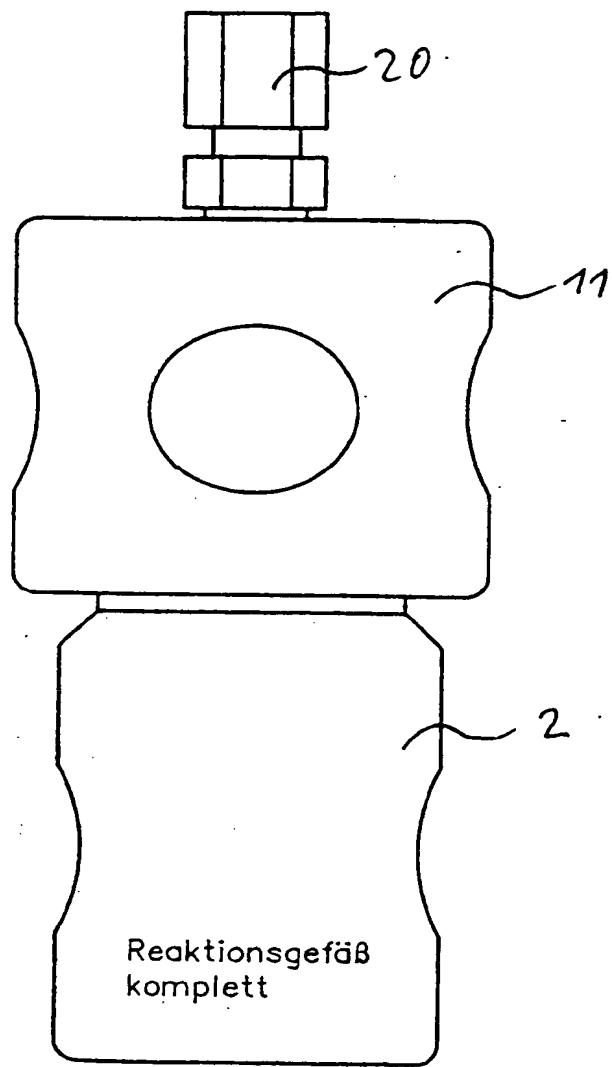


Fig. 4